

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-507528

(43) 公表日 平成9年(1997)7月29日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	
C 2 3 C 16/40		7738-4K	C 2 3 C 16/40	
B 2 3 B 27/14		9326-3C	B 2 3 B 27/14	A
C 0 4 B 41/87		8924-4G	C 0 4 B 41/87	N
	41/89	8924-4G		41/89 J
C 2 3 C 16/30		7738-4K	C 2 3 C 16/30	
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 15 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-518975  
(86) (22) 出願日 平成7年(1995)1月12日  
(85) 翻訳文提出日 平成8年(1996)7月15日  
(86) 国際出願番号 PCT/SE95/00018  
(87) 国際公開番号 WO95/19457  
(87) 国際公開日 平成7年(1995)7月20日  
(31) 優先権主張番号 9400089-0  
(32) 優先日 1994年1月14日  
(33) 優先権主張国 スウェーデン (SE)  
(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), AU, BR, CA, CN, J P, KR, PL, RU

(71) 出願人 サンドビック アクティエボラーグ  
スウェーデン国, エス-811 81 サンド  
ビックケン (番地なし)  
(72) 発明者 ルジュンクベリイ, ビヨルン  
スウェーデン国, エヌ-122 44 エンス  
ケート, カルステタルベーゲン 96  
(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外2名)

(54) 【発明の名称】 酸化物被膜切削工具

(57) 【要約】

本発明にしたがい耐火物の単一層または多層を被膜したボディを提供し、具体的にはこの層は、被膜ボディの表面に関して優先方向に好ましく成長した結晶面を有し、制御された顕微鏡組織及び層組成物を特徴とする。前記被膜は1層または幾層かの耐火物層を含んでなり、少なくとも1層は、(104)方向に好ましく集合組織化した密集微細結晶の $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ 層である。先行技術に比較して、優れた表面仕上げを示しかつ非常に改良された摩耗性と靱性特性とを示す本発明に従う被膜工具は、鋳鉄の機械加工に使用する場合、特に、ノジュラー鋳鉄を機械加工する場合を目的とする。

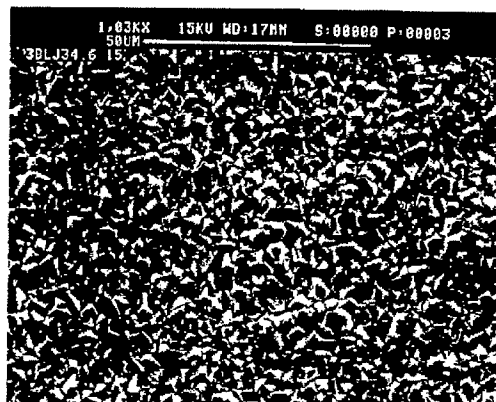


Fig. 1

## 【特許請求の範囲】

1. 少なくとも1層がアルミナである1層又は2層以上の耐火物層を少なくとも部分的に被膜したボディーであって、

前記アルミナ層が $d = 0.5 \sim 2.5 \mu\text{m}$ の厚さと、

$0.5 \mu\text{m} < d < 2.5 \mu\text{m}$ に対して $0.5 \mu\text{m} < S < 1 \mu\text{m}$ 、及び

2.  $5 \mu\text{m} < d < 2.5 \mu\text{m}$ に対して $0.5 \mu\text{m} < S < 4 \mu\text{m}$ 、の結晶粒径（S）を有し、且つ

1.5より大きく好ましくは2.5より大きく最も好ましくは3.0より大きい集合組織係数を有する（104）方向に集合組織化した単一相の $\alpha$ 組織からなり、

集合組織係数が、

$$TC(hkl) = I(hkl) / I_0(hkl) \times [(1/N) \sum \{I(hkl) / I_0(hkl)\}]^{-1}$$

{式中で

$I(hkl)$  =  $(hkl)$  反射の測定強度

$I_0(hkl)$  = ASTM標準パウダーパターン回折データーの標準強度

$n$  = 計算に使用した回折数であり、使用した $(hkl)$ 回折が、 $(012)$ 、 $(104)$ 、 $(110)$ 、 $(113)$ 、 $(024)$ 、 $(116)$ 、で定義されることを特徴とする耐火物層被膜ボディー。

2. 前記アルミナ層が暴露最外側層であることを特徴とする先の請求項に記載のボディー。

3. 前記アルミナ層が $TiC_xN_yO_z$ 層と接触することを特徴とする先の請求項のいずれか1項に記載のボディー。

4. 前記 $TiC_xN_yO_z$ 層が被膜の最内側層であることを特徴とする請求項5に記載のボディー。

5. 前記ボディーが、超硬合金、窒化炭素系のチタニウムまたはラミックスの切削工具であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載のボディー。

6. 前記ボディーが、1種または2種以上のアルミニウムハロゲン化物及び

加水分解剤及び／または酸化剤を含んでいる水素キャリアーガスに高温で接触させて $\alpha$ アルミナ被膜を有するボディーを被膜する方法であって、

$\text{Al}_2\text{O}_3$ の核生成前にCVD反応器雰囲気中の酸化ポテンシャルが、 $\text{H}_2\text{O}$ または他の酸化種の合計濃度を使用する低水準に好ましくは5 ppm未満に保持され

、  
 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の核生成は反応ガスの制御された序列化によって開始し、

$\text{CO}_2$ と $\text{CO}$ が先ず $\text{N}_2$ 及び／またはAr雰囲気中の反応器に入れられ引き続き $\text{H}_2$ 及び $\text{Al}_2\text{Cl}_3$ が入れられ、

核生成中は温度が好ましくは950～1000℃であり、且つ $\text{Al}_2\text{O}_3$ の成長中は硫黄ドーパントが好ましくは $\text{H}_2\text{S}$ を含むガスが添加される、  
ことを特徴とする被膜 $\alpha$ アルミナ被膜を有するボディーの被膜方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 酸化物被膜切削工具

本発明はチップフォーミング機械加工の被膜切削工具に関する。

被膜切削工具のアルミナの化学蒸着（CVD）は15年以前から工業的に実施されている。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 並びに他の耐熱材料の摩耗特性は文献で広範囲に検討されている。

CVD技法は、他の金属酸化物、炭化物及び窒化物、周期律表のⅠVB、VB及びⅤIB族の遷移金属から選択された金属の被膜を生成するためにも使用されている。これらの化合物の多くは耐摩耗物または保護被膜として実際に適用されているが、ほとんどがTiC、TiN及び $\text{Al}_2\text{O}_3$ のようにあまり考慮されていない。

種々の種類の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 被膜、たとえば純 $\kappa\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\kappa$ 及び $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ の混合物及び粗い結晶粒のアルファ $\text{Al}_2\text{O}_3$ を被膜した超硬合金切削工具が長年商業的に入手されてきた。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ は、数種の異なる相すなわち $\alpha$ 、 $\kappa$ 、 $\gamma$ 、 $\beta$ 、 $\theta$ 相等に結晶する。耐摩耗物の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 被膜のCVDにおいて最も頻繁に生じる二つの層は熱力学的に安定な六方晶アルファ層及び準安定 $\kappa$ 相である。

一般に、 $\kappa$ 層は0.5～2.0 $\mu\text{m}$ 範囲の結晶粒径を有する微細結晶粒であり、かつ柱状晶の被膜形態を頻繁に示す。さらに、 $\kappa\text{Al}_2\text{O}_3$ 被膜は結晶学的欠陥がなく且つミクロ孔またはボイドが存在しない。

$\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ は蒸着条件に依存する1～6 $\mu\text{m}$ の粗い結晶粒径を有する。この場合、多孔性と結晶学的欠陥とがしばしば生じる。

しばしば $\alpha$ と $\kappa$ の両相が切削工具上に蒸着されたCVDアルミナ被膜に存在する。商業的切削工具において、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ が、炭化物またはセラミック基材を被膜したTiCに常に付加され（例えば、米国特許第3,837,896号、なお再発行米国特許第29,420号参照）したがって、TiC表面とアルミナ被膜とのあいだの界面化学反応が特に重要である。この接触において、TiC層は化学式 $\text{TiC}_x\text{N}_y\text{O}_z$ を有する層を含むことを考慮する必要もあり、TiC中の炭素は完全にまたは部分的に酸素及び／または窒素と置換される。

耐摩耗物をさらに増すために酸化物を有する被膜超鋼合金切削工具の実施が、例えば再発行米国特許第29,420号及び米国特許第4,399,168号、第4,018,631号、第4,490,191号及び第4,463,033号に立証されるようにそれ自体は知られている。これらの特許は酸化物被膜ボディを開示し、例えばTiC被膜超硬合金の前処理が次に蒸着される酸化物層の密着性を強めるにいかに関難であるかを開示する。アルミナ被覆ボディがさらに米国特許第3,736,107号、第5,071,696号及び第5,137,774号に開示され、 $Al_2O_3$ 層は $\alpha$ 、 $\kappa$ それぞれ $\alpha + \kappa$ の組合せを含んでなる。

米国特許第4,619,866号は、ドーパント(dopant)の影響の下で、たとえば、0.01~0.2%の濃度範囲、1000~1050℃のCVD蒸着温度で硫化水素( $H_2S$ )の作用のもとで金属ハロゲン化物の加水分解反応を利用することにより、最初に成長する $Al_2O_3$ 層の生成方法を記載する。これらの処理条件の下で、実質的に二つの $Al_2O_3$ の $\alpha$ 及び $\kappa$ 相が生成される。得られた被膜は比較的小さな $\kappa$ 結晶粒と比較的大きな $\alpha$ 結晶流の混合物からなる。この工程は被膜ボディの周辺に均一な層厚み分布

を有する被膜を生じる。

スウェーデン特許願書9101953-9は微細粒化 $\kappa$ アルミナ被膜の成長方法を開示する。

スウェーデン特許出願第9203852-0号において、微細結晶した(012)集合組織の $\alpha$  $Al_2O_3$ 被膜を得るための方法が開示される。超硬合金工具に付加されたこの特別な $Al_2O_3$ 被膜が、鋳鉄の機械加工に対して特に有効であることが明らかになった。

スウェーデン特許出願第9304283-6号に、少なくとも1層が(110)方向の集合組織の $\alpha$  $Al_2O_3$ 層である1層また2層以上の耐火物層でなる被膜を有するボディが開示されている。このアルミナ層は実質的に冷却クラックを含まず且つ2~8 $\mu m$ の長さで1~10の長さ/幅の比を有する板状の結晶粒でなる。

本発明の目的は、硬質基材上にまたは好ましくは上記  $TiC_xN_yO_z$  被膜上に、 $Al_2O_3$  層の上記性質が安定であるような適切な核生成と成長条件を使用して、望ましい顕微鏡組織と結晶学的集合組織を有する多形  $\alpha$  の単一相  $Al_2O_3$  層を少なくとも1層設けることを目的とする。

さらに本発明は、鋼、ステンレス鋼、鋳鉄及びモジュラー鋳鉄に対して切削性能を改良したアルミナ被膜切削工具植刃を提供することを目的とする。

図1は、本発明にしたがう典型的な  $Al_2O_3$  被膜の倍率1000Xの走査型電子顕微鏡 (SEM) の表面観察顕微鏡組織を示す。

本発明にしたがう耐摩耗物の被膜が蒸着されている超硬合金ボディーを含んでなる切削工具を提供する。被膜は1種または2種以上の耐火物層を含んでなり少なくとも1層が密集した微細結晶化好ま

しくは集合組織化した多形態  $\alpha$  の  $Al_2O_3$  である。

本発明にしたがう被膜切削工具は、鋼または鋳鉄を機械加工するに使用する場合、特に表面が湿式吹き付け加工によりさらに滑らかにされたとき、先行技術の工具に比較して改良された摩耗性及び靱性特性を示す。

さらに具体的には被膜工具は、焼結超硬合金ボディーの基材、金属バインダー相に好ましくは少なくとも1種の金属炭化物のサーメットまたはセラミックボディーとを含んでなる。被膜構造中の個々の層は  $TiC$  でよく、または、周期律表のIVB、VB及びVIB族の金属からなる群から選択された金属、B、Al及びSi及び/またはそれらの混合物の炭化物、窒化物、窒化炭素、オキシ炭化物またはオキシ窒化炭素に関する。少なくとも上記1層は基材と接触する。しかしながら、被膜構造の少なくとも1層は、ミクロ細孔及び結晶学的に欠陥のない微細粒で密な単一相  $\alpha$   $Al_2O_3$  被膜を含んでなる。この被膜は、 $d = 0.5 \sim 2.5 \mu m$  の厚さと、

0.5  $\mu m < d < 2.5 \mu m$  に対して 0.5  $\mu m < S < 1 \mu m$ 、及び

2.5  $\mu m < d < 2.5 \mu m$  に対して 0.5  $\mu m < S < 4 \mu m$ 、の平均結晶粒径 (S) を有する優先的集合組織である。

微細結晶した顕微鏡組織は狭い結晶粒分布を含む。最も多くは  $Al_2O_3$  結晶粒

の80%が平均結晶粒径の±50%の結晶粒径を有する。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>被膜の結晶粒径は倍率5000XのSEMの上面組織写真から決定した。任意の方向に3本の直線を引き、その線に沿う粒界間の平均距離を粒径の測定とする。

本発明にしたがうAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層は、X線回折(XRD)によって決定される(104)方向の好ましい結晶成長方位を有する。集合

組織係数TCは次式で定義される。すなわち、

$$TC(hkl) = I(hkl) / I_0(hkl) \times \left[ (1/N) \sum \{ I(hkl) / I_0(hkl) \} \right]^{-1}$$

式中で

$I(hkl)$  = (hkl) 反射の測定強度

$I_0(hkl)$  = ASTM標準パウダーパターン回折データの標準強度

$n$  = 計算に使用した回折数であり、使用した(hkl)回折が、(012)、(104)、(110)、(113)、(024)、(116)である。

本発明にしたがい(104)結晶面の組のTCは、1.5より大きく好ましくは2.5より大きく及び最も好ましくは3.0より大きい。

本発明にしたがう被膜ボディーは、0.25mmの測定長さに渡って0.3μm未満の耐火物被膜の表面荒さ(Ra)によってさらに特徴付けられる。

本発明にしたがう集合組織のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>被膜は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成以前のCVD反応器の雰囲気酸化ポテンシャルの注意深い制御によって得られる。H<sub>2</sub>Oまたは他の酸化種の総濃度水準は好ましく5ppm以下にする必要がある。しかしながら、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の核生成は次のように反応ガスの制御された序列化によって開始する。すなわち、CO<sub>2</sub>及びCOがH<sub>2</sub>のない雰囲気例えばN<sub>2</sub>または/及びArの存在する反応器にまず入れられ、その後H<sub>2</sub>、及びAlCl<sub>3</sub>が反応器に入れることができる。核生成中は、温度は850~1100℃好ましくは950~1100℃にする必要がある。しかしながら、正確な条件は使用する装置の形式にある程度依存する。

必要な集合組織及び被膜形態が得られるかどうかを決定すること、及び本明細書にしたがう核生成条件と蒸着条件とを修正すること、必要であるならば、集合組織の量及び被膜形態を達成することは当業者の理解範囲内にある

#### 実施例 1

A) 6.5%の $\text{Co}$ 、8.5%の立方晶炭化物及び残余 $\text{WC}$ の組成の超硬合金切削植刃が、 $5.5\mu\text{m}$ の厚さの $\text{TiCN}$ で被膜された。その後の処理段階において同一被膜期間中に、 $6\mu\text{m}$ 厚さの $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ 層が蒸着された。核生成以前に水素キャリアーガスの酸素ポテンシャル、すなわち水蒸気濃度は $5\text{ppm}$ 未満の低水準に実質的に調整された（米国特許第5,071,696号も参照）。 $\text{N}_2$ 、 $\text{CO}_2$ 及び $\text{CO}$ を含んでなる水素を含まない反応ガス混合物がまず $\text{CVD}$ 反応器に導入された。この反応ガスは所定の順に連続して添加された。この後に、 $\text{H}_2$ 及び $\text{AlCl}_3$ が反応器に入れられた。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の蒸着中、 $\text{H}_2\text{S}$ がドーパントとして使用された。

$\text{Al}_2\text{O}_3$ 蒸着工程中のガス混合物と他の処理条件は次の通りである。

工程	1	2
$\text{CO}_2$	4%	4%
$\text{AlCl}_3$	4%	4%
$\text{CO}$	2%	—
$\text{H}_2\text{S}$	—	0.2%
$\text{HCl}$	1%	4%
$\text{H}_2$	残余	残余
圧力	55ミリバール	100ミリバール
温度	1000℃	1000℃
期間	1時間	7.5時間

XRD分析が、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 被膜の単一 $\alpha$ 相中の(104)面の集合組織係数 $\text{TC}$ (104)が3.2を示した。

SEMの研究は微細に結晶した $6\mu\text{m}$ 厚さの $\text{Al}_2\text{O}_3$ 被膜を示し、 $2.1\mu\text{m}$ の平均結晶粒径を有した。



B)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  工程が被膜中に粗い  $\alpha$  と微細な  $\kappa$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  結晶粒の混合物を得る先行技法にしたがって実行したことを除き、A) の超合金基材が、A) に示すような  $\text{TiCN}$  ( $5.5\mu\text{m}$ ) 及び  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $6\mu\text{m}$ ) で被膜された。

A) と B) の切削植刃は全て 150 メッシュの  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末で湿式吹き付け加工がされ、被膜表面を滑らかにした。

切削植刃はその後ノジュラー鋳鉄 (AISI 60-40-18、DIN GG 40) の正面削り作業中のエッジラインとすくい面剥離とに関して試験がされた。機械加工された加工部片の形状は、切削エッジが各回転中に 2 回中断されるようにした。

切削データー

速度 = 150 m/分

切削深さ = 2.0 mm、及び

送り = 0.1 mm/回転

この植刃は加工部片の正面に渡って一切断した。

その結果を、剥離が起こる切断に係わるエッジラインのパーセンテージ、並びにすくい面と加工部片の切粉の間の総接触領域に関する

剥離を被るすくい面領域のパーセンテージとして以下の表に示す。

	剥離 (%)	
	エッジライン	すくい面
A) 単一相 / 集合組織 $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$	5	6 (回転当たりの数)
B) $\alpha + \kappa\text{Al}_2\text{O}_3$	90	86

## 実施例 2

A) と B) の切削植刃は合金鋼 (AISI 1518、W-n o. 1, 0580) の正面削り作業中のエッジライン剥離に関しても試験がされた。機械加工された加工部片の形状は、切削エッジが各回転中に 3 回中断されるようにした。

切削データー

速度 = 130 ~ 220 m/分

切削深さ=2. mm、及び

送り=0. 2mm/回転

この植刃は加工部片の正面に渡って一切断した。

その結果を、剥離が起こる切断のエッジラインのパーセンテージとして以下の表に示す。

	剥離 (%)
	エッジライン
A) 単一相/集合組織	0
$\alpha \text{ Al}_2 \text{ O}_3$	
B) $\alpha + \kappa \text{ Al}_2 \text{ O}_3$	28

(11)

特表平9-507528

【图1】

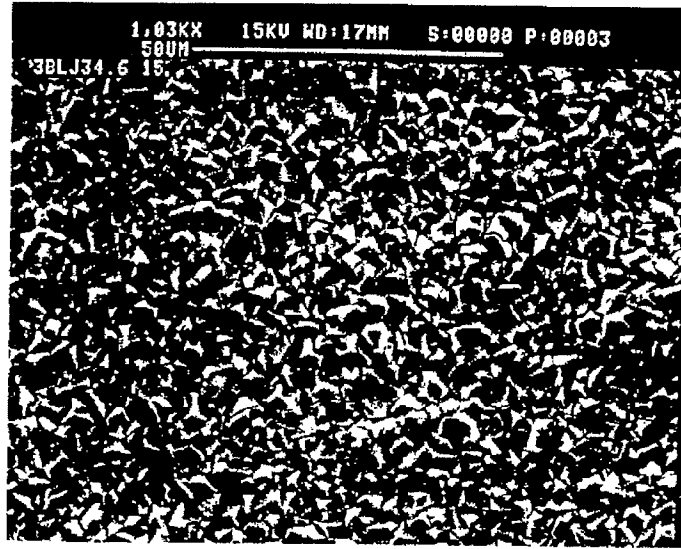


Fig. 1

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 95/00018

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC6: C23C 16/40, C23C 16/30, B23B 27/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC6: C23C, B23B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

SE,DK,FI,NO classes as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P,X	EP, A1, 0603144 (SANDVIK AKTIEBOLAG), 22 June 1994 (22.06.94), claims 1,3-7, abstract	1-5
P,Y	claim 8	6
	--	
Y	EP, A1, 0523021 (SANDVIK AKTIEBOLAG), 13 January 1993 (13.01.93), page 3, line 12 - line 23; page 4, line 10 - line 24, claims 7,8, abstract	6
A	claims 2,3,5,6	2-5
	--	

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☒ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

11 April 1995

03 -05- 1995

 Name and mailing address of the ISA/  
 Swedish Patent Office  
 Box 5055, S-102 42 STOCKHOLM  
 Facsimile No. +46 8 666 02 86

Authorized officer

 Ingrid Grundfelt  
 Telephone No. +46 8 782 25 00

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 95/00018

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP, A1, 0403461 (SANDVIK AKTIEBOLAG), 19 December 1990 (19.12.90), page 2, line 21 - line 25, claims 4,5, abstract  -- -----	1-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT  
Information on patent family members

25/02/95

International application No.

PCT/SE 95/00018

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A1- 0603144	22/06/94	NONE	
EP-A1- 0523021	13/01/93	CA-A- 2072160 JP-A- 5230620	26/12/92 07/09/93
EP-A1- 0403461	19/12/90	CA-A- 2019077 JP-A- 3150364 SE-B,C- 464818 SE-A- 8902179 US-A- 5071696	16/12/90 26/06/91 17/06/91 17/12/90 10/12/91

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I
C 3 0 B 29/20		7202-4 G	C 3 0 B 29/20

【公報種別】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
【部門区分】第3部門第4区分  
【発行日】平成14年4月23日(2002.4.23)

【公表番号】特表平9-507528  
【公表日】平成9年7月29日(1997.7.29)  
【年通号数】  
【出願番号】特願平7-518975  
【国際特許分類第7版】

C23C 16/40  
B23B 27/14  
C04B 41/87  
41/89  
C23C 16/30  
C30B 29/20

【FI】  
C23C 16/40  
B23B 27/14 A  
C04B 41/87 N  
41/89 J  
C23C 16/30  
C30B 29/20

請求の範囲

平成13年11月14日

特許庁長官 及川 創 造 殿

1. 事件の提示  
平成7年特許願第518975号  
2. 補正をする者

名称 サンドビック アクティエボラード

3. 代理人  
住所 〒105-8423 東京都港区虎ノ門三丁目5番1号 虎ノ門37ビル  
〒105-8423 東京都港区虎ノ門三丁目5番1号 虎ノ門37ビル  
青木伸吾法律事務所 電話 03-5470-1600  
氏名 青木伸吾(7751) 石田 敬

4. 補正対象書類名  
請求の範囲  
5. 補正対象項目名  
請求の範囲  
6. 補正の内容  
請求の範囲を別紙の通り補正する。  
7. 添付書類の目録  
請求の範囲 1通

請求の範囲

1. 少なくとも1層がアルミナである1層又は2層以上の耐火物層を少なくとも部分的に被覆したボディーであって、  
前記アルミナ層が $d=0.5\sim2.5\mu m$ の厚さ(d)と、  
0.  $5\mu m < d < 2.5\mu m$ に対して0.  $5\mu m < S < 1\mu m$ 、及び  
2.  $5\mu m < d < 2.5\mu m$ に対して0.  $5\mu m < S < 4\mu m$ 、の粒径範囲(S)を有し、且つ  
1. 最も大きい集合組織径(TC)を有する(104)方向に集合組織化した単一相の $\alpha$ -組織からなり、  
集合組織係数が、  
$$TC(hkl) = I(hkl) / I_0(hkl) \times [(1/N) \sum \{I(hkl) / I_0(hkl)\}]^{-1}$$
  
式中で  
 $I(hkl) \rightarrow (hkl)$  反射の測定強度  
 $I_0(hkl) = ASTM$ 標準パターン同折データの標準強度  
n=計算に使用した回折波であり、使用した(hkl)座標が、(012)、(104)、(110)、(113)、(024)、(116)、  
で定義されることを特徴とする耐火物層被覆ボディー。  
2. 前記アルミナ層が基体最外側層であることを特徴とする請求項1に記載のボディー。  
3. 前記アルミナ層が $C_2N_2O_3$ 系と接触することを特徴とする請求項1または2に記載のボディー。  
4. 前記 $C_2N_2O_3$ 系が被覆の最内側層であることを特徴とする請求項3に記載のボディー。  
5. 前記ボディーが、超硬合金、窒化炭素系のチタン及びセラミックのいずれか1種の切削工具であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のボディー。  
6. 前記ボディーが、1層または2層以上のアルミニウム化合物、及び  
炭化分層炭素酸化物との少なくとも1層を有している水素キャリアーガスに高圧



で微細させてα-アルミナ微粒子を有するポディーを製造する方法であつて、

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の微細成前に化学蒸着反応装置内風の酸化ポテンシャルが、H<sub>2</sub>Oまたは他の酸化種の合計濃度を使用する低水準の5 ppm未満に保持され、

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の微細成は反応ガスの制御された序列化によって開始し、

CO<sub>2</sub>とCOが、先ずN<sub>2</sub>及びA:との少なくとも1種の雰囲気中の反応源に入られ、

続く生成は温度が500〜1000℃であり、且つAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の成長中に微細ド

ーパメントとしてH<sub>2</sub>Sを含むガスが添加される、

ことを特徴とする微細α-アルミナ微粒子を有するポディーの製造方法、

【公報種別】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第3部門第4区分  
 【発行日】平成14年4月23日(2002.4.23)

【公表番号】特表平9-507528  
 【公表日】平成9年7月29日(1997.7.29)  
 【年通号数】  
 【出願番号】特願平7-518975  
 【国際特許分類第7版】

C23C 16/40  
 B23B 27/14  
 C04B 41/87  
 41/89  
 C23C 16/30  
 C30B 29/20

【F I】

C23C 16/40  
 B23B 27/14 A  
 C04B 41/87 N  
 41/89 J  
 C23C 16/30  
 C30B 29/20

手 続 前 書

平成13年11月14日

特許庁長官 及 川 新 造 殿

1. 事件の提示  
平成7年特許願第519975号
2. 補正をする者

名称 サンドビツク アクティエボラード

3. 代理人  
住所 〒105-8423 東京都港区虎ノ門三丁目5番1号 虎ノ門37ビル  
管轄特許法律事務所 電話 03-5470-1900  
氏名 芥原士(7751) 石 田 敬

4. 補正対象書類名  
請求の範囲
5. 補正対象項目名  
請求の範囲
6. 補正の内容  
請求の範囲を別紙の通り補正する。
7. 添付書類の目録  
請求の範囲 1通

請求の範囲

1. 少なくとも1層がアルミナである1層又は2層以上の耐火物層を少なくとも部分的に被覆したボディーであって、

前記アルミナ層が $d=0.5\sim2.5\mu\text{m}$ の厚さ(4)と、  
 0.  $5\mu\text{m}<d<2.5\mu\text{m}$ に対して0.  $5\mu\text{m}<S<1\mu\text{m}$ 、及び  
 2.  $5\mu\text{m}<d<2.5\mu\text{m}$ に対して0.  $5\mu\text{m}<S<4\mu\text{m}$ 、の結晶粒径(S)を有し、且つ

1. 5より大きい結合係数(TC)を有する(104)方向に集合組織化した単一相の $\alpha$ 組織からなり、  
 集合組織係数が、

$$TC(hkl) = I(hkl) / I_0(hkl) \times [ (1/N) \sum I(hkl) / I_0(hkl) ]^{-1}$$

式中で

$I(hkl) \rightarrow (hkl)$  反射の測定強度  
 $I_0(hkl) = \text{ASTM標準パターン同折データーの標準強度}$   
 $n = \text{計算に使用した回折波であり、使用した}(hkl) \text{ 変数が、}(012)、(104)、(110)、(113)、(024)、(116)、$   
 で定義されることを特徴とする耐火物層被覆ボディー。

2. 前記アルミナ層が基質最外側層であることを特徴とする請求項1に記載のボディー。

3. 前記アルミナ層が $TiC_2N_2O_2$ 層と被覆することを特徴とする請求項1、または2に記載のボディー。

4. 前記 $TiC_2N_2O_2$ 層が被覆の最内側層であることを特徴とする請求項1に記載のボディー。

5. 前記ボディーが、超硬合金、窒化炭素系のチタニウム及びセラミックの1つ以上1種の切削工具であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のボディー。

6. 前記ボディーが、1層または2層以上のアルミニウム化合物、及び加水分解系と酸化剤との少なくとも1種を含んでいる水素キャリアースに高温

で接触させてαアルミナ被膜を有するバディーを製造する方法であつて、

A l<sub>2</sub> O<sub>3</sub> の被生成前に化学蒸着反応素雰囲気中の酸化ポテンシャルが、H<sub>2</sub> O または他の酸化種の合計濃度を用いる低水準の5 p p m未満に保持され、

A l<sub>2</sub> O<sub>3</sub> の被生成は反応ガスの制御された序列化によって開始し、

C O<sub>2</sub> とC Oが、先ずN<sub>2</sub>及びA<sub>2</sub> : 比の少なくとも1%の雰囲気中の反応器に入  
たれらるべき親基H<sub>2</sub>及びA l<sub>2</sub> C l<sub>3</sub>が入られ、

被生成中は温度が500〜1000℃であり、且つA l<sub>2</sub> O<sub>3</sub> の成長中に最貴ド  
ーパントとしてH<sub>2</sub> Sを含むガスが添加される、

ことを特徴とする被膜αアルミナ被膜を有するバディーの製造方法、